

# 天然药物化学实验技术

主编 / 谢平 罗永明

编委 / 陈玲 钟瑞建 朱英

TIANRAN YAOWU  
HUAXUESHIYAN  
TIANRAN YAOWU  
HUAXUE SHIYAN

□ 江西科学技术出版社

(赣)新登字第 003 号

**天然药物化学实验技术**

谢 平等编写

江西科学技术出版社出版发行

( 南昌市新魏路 )

各地新华书店经销 江西中医学院印刷厂印刷

开本 787×1092 1/32 印张 10.25 字数 24万

1993年 12月第 1版 1993年12月 第 1次印刷

印数1—4,000

ISBN7—5390—0840—7/R·159 定价: 5.50

---

## 内 容 提 要

本书分三大部分：第一部分简单介绍了天然药物化学实验的基本常识、仪器装置和基本操作；第二部分重点介绍了天然药物化学成分的提取、分离、鉴定和结构测定的实验方法和技术；第三部分精选了20个天然药物化学实验，并附录了天然药物化学实验的常用试剂、材料的使用、回收方法和理化数据。

在编写过程中，作者结合了自己的教学体会和药厂、科研单位及兄弟院校的意见和经验，突出了其可操作性和可靠性。本书既可作为药学类院校的实验教材，也可供制药企业科研人员、技术工人参考使用。

---

## 前 言

天然药物化学是一门运用现代化学理论和方法研究天然药物中化学成分的学科。其主要内容是研究天然药物中的有效成分的提取、分离、结构鉴定和必要的结构改造,以及质量分析和有效成分的含量测定等等。通过天然药物化学的研究,以探索生理活性强的天然化合物,寻找到高效安全的新药;并通过构效关系的研究和必要的结构改造,提供新的化学结构类型药物,为人工合成新药奠定基础;天然药物化学成分结构的阐明,为植物成分的生源关系和植物化学分类学的研究提供研究资料;并按植物亲缘关系于植物界中探寻同类成分,以开发利用药用资源;尤其重要的是:我国的中医药有着数千年的应用历史,而中草药都是天然药物,因此,天然药物化学的研究将为中药的现代化奠定基础。对于探索中药防病治病的机理,提供中药加工炮制的科学依据,指导中药材和中成药的生产、质量控制、剂型改革和临床用药都具有重要的意义。对于继承、整理、发扬、提高祖国医药遗产,建立新的中国医药学显示出越来越重要的地位和作用。因此,天然药物化学已成为药学类专业的重要专业课程之一。

天然药物化学又是一门实践性很强的学科,它的理论都是建立在大量的实验基础之上,天然药物化学的发展是与实验方法和实验技术的进步直接相关。近几十年来,随着以层析方法为标志的分离方法和以波谱分析为标志的结构分析方法的发展,促进了天然药物化学的迅速发展,各种快速、微量的分离

和鉴定方法的应用,使天然药物化学研究的数量和水平大幅度提高。因此,天然药物化学的实验技术是该学科的重要组成部分,学习和掌握天然药物化学的实验方法和技术是学习天然药物化学的必要途径。只有掌握了天然药物化学的实验技术,才能在天然药物的生产、科研等方面工作中得心应手。但鉴于目前的教科书和有关参考书甚少,实验操作技术只散在少量的参考书中,这样便给学习和使用者造成了很大困难,为此,我们结合自己的教学体会,广泛听取了药厂和科研单位的意见,吸取现有书籍中介绍这一方面内容的精华和兄弟院校的宝贵经验,组织编写了本书。

全书分为三大部分:第一部分简单介绍了天然药物化学实验室的一般规则和常识,实验室的仪器装置和基本操作;第二部分重点而系统地介绍天然药物化学成分的提取、分离、鉴定和结构测定的实验方法和技术。另外对天然药物化学成分的定量分析方法也作了介绍;第三部分为实验部分,精选了二十个天然药物化学实验供选用,以训练实际操作,掌握实验技术,并附录了天然药物化学实验的常用溶剂、试剂、材料的理化数据,以及它们的配制、使用和回收方法等。

我们在内容安排上,既重视基本方法的介绍和基本技能的训练,又尽量反映近年发展起来的新技术和新方法,力求通俗易懂、便于使用。本书既能作为药学类院校的实验教材,又能作为制药企业科研人员、技术工人的实用参考书。

因我们水平有限,本书的错误和缺点在所难免,敬请读者批评指正。

编 者

# 目 录

## 第一章 实验室规则和一般常识

- 一、实验规则..... ( 1 )
- 二、实验室一般安全规则..... ( 1 )
- 三、易燃、腐蚀性和有毒药品或溶剂的使用规则  
..... ( 2 )
- 四、实验室灭火常识..... ( 2 )
- 五、实验室一般伤害的救护..... ( 3 )

## 第二章 实验室基本操作及常用仪器装置

- 一、仪器的洗涤..... ( 5 )
- 二、仪器的干燥..... ( 6 )
- 三、渗漉..... ( 6 )
- 四、回流提取..... ( 7 )
- 五、连续回流提取..... ( 8 )
- 六、蒸馏..... ( 9 )
- 七、水蒸气蒸馏..... ( 11 )
- 八、萃取..... ( 12 )
- 九、过滤..... ( 14 )
- 十、样品的干燥..... ( 17 )

## 第三章 天然药物化学成分的提取分离方法

- 一、天然药物化学成分的提取..... ( 21 )
  - (一) 溶剂提取法..... ( 22 )

|                       |        |
|-----------------------|--------|
| (二) 水蒸气蒸馏法·····       | ( 26 ) |
| (三) 升华法·····          | ( 26 ) |
| (四) 超临界流体提取法·····     | ( 26 ) |
| 二、天然药物化学成分的分离和精制····· | ( 30 ) |
| (一) 系统溶剂分离法·····      | ( 31 ) |
| (二) 两相溶剂萃取法·····      | ( 31 ) |
| 1. 简单萃取法·····         | ( 32 ) |
| 2. 逆流连续萃取法·····       | ( 32 ) |
| 3. 逆流分配法·····         | ( 33 ) |
| 4. 液滴逆流分配法·····       | ( 33 ) |
| (三) 沉淀法·····          | ( 35 ) |
| (四) 盐析法·····          | ( 37 ) |
| (五) 透析法·····          | ( 37 ) |
| (六) 分馏法·····          | ( 38 ) |
| (七) 结晶法·····          | ( 41 ) |
| 三、有效成分纯度的判断·····      | ( 46 ) |
| 四、几种常见杂质的除去·····      | ( 48 ) |
| (一) 鞣质·····           | ( 48 ) |
| (二) 蛋白质·····          | ( 49 ) |
| (三) 糖和淀粉·····         | ( 50 ) |
| (四) 无机盐·····          | ( 50 ) |
| (五) 叶绿素·····          | ( 50 ) |
| (六) 油脂、蜡和树脂·····      | ( 51 ) |

#### 第四章 天然药物化学成分的层析分离和鉴定方法

|                 |        |
|-----------------|--------|
| 一、吸附柱层析法·····   | ( 53 ) |
| (一) 层析柱的选择····· | ( 53 ) |
| (二) 吸附剂的选择····· | ( 53 ) |

|                   |        |
|-------------------|--------|
| (三) 洗脱剂的选择·····   | ( 55 ) |
| (四) 操作方法·····     | ( 56 ) |
| 二、分配柱层析法·····     | ( 57 ) |
| (一) 支持剂的选择·····   | ( 57 ) |
| (二) 固定相的选择·····   | ( 58 ) |
| (三) 流动相的选择·····   | ( 58 ) |
| (四) 操作方法·····     | ( 59 ) |
| 三、干柱层析法·····      | ( 59 ) |
| (一) 填充剂的选择·····   | ( 60 ) |
| (二) 洗脱剂的选择·····   | ( 60 ) |
| (三) 操作方法·····     | ( 61 ) |
| 四、离子交换层析·····     | ( 62 ) |
| (一) 树脂的选择·····    | ( 63 ) |
| (二) 洗脱剂的选择·····   | ( 65 ) |
| (三) 操作方法·····     | ( 65 ) |
| 五、凝胶层析法·····      | ( 66 ) |
| (一) 凝胶的选择·····    | ( 66 ) |
| (二) 操作方法·····     | ( 68 ) |
| 六、薄层层析法           |        |
| (一) 层析板的制备·····   | ( 70 ) |
| (二) 点样·····       | ( 74 ) |
| (三) 展开·····       | ( 75 ) |
| (四) 定位或显色·····    | ( 78 ) |
| (五) 斑点的取下与洗脱····· | ( 79 ) |
| 七、纸层析法·····       | ( 80 ) |
| (一) 滤纸的选择·····    | ( 80 ) |
| (二) 展开剂的选择·····   | ( 81 ) |

|                     |        |
|---------------------|--------|
| (三) 操作方法.....       | ( 82 ) |
| 八、气相层析法.....        | ( 83 ) |
| (一) 仪器装置.....       | ( 83 ) |
| (二) 固定相.....        | ( 84 ) |
| (三) 固定液的选择.....     | ( 84 ) |
| (四) 支持剂(担体).....    | ( 85 ) |
| (五) 定性分析.....       | ( 85 ) |
| 九、高效液相层析法.....      | ( 87 ) |
| (一) 仪器组成及其工作原理..... | ( 87 ) |
| (二) 固定相.....        | ( 88 ) |
| (三) 固定相和流动相的选择..... | ( 89 ) |

## 第五章 天然药物化学成分的鉴定和结构测定

|                        |         |
|------------------------|---------|
| 一、物理常数的测定方法.....       | ( 93 )  |
| (一) 熔点的测定.....         | ( 93 )  |
| (二) 沸点的测定.....         | ( 96 )  |
| (三) 折光率的测定.....        | ( 97 )  |
| (四) 比旋光度的测定.....       | ( 97 )  |
| 二、分子式的测定方法.....        | ( 98 )  |
| (一) 元素分析和实验式的计算.....   | ( 99 )  |
| (二) 分子量的测定.....        | ( 100 ) |
| (三) 分子式的确定.....        | ( 102 ) |
| (四) 不饱和度的计算.....       | ( 105 ) |
| 三、常用衍生物的制备.....        | ( 106 ) |
| (一) 羟基化合物衍生物的制备.....   | ( 107 ) |
| (二) 醛、酮类化合物衍生物的制备..... | ( 108 ) |
| (三) 糖类衍生物的制备.....      | ( 109 ) |
| (四) 胺类衍生物的制备.....      | ( 110 ) |

|                   |         |
|-------------------|---------|
| (五) 羧酸衍生物的制备····· | ( 111 ) |
| 四、波谱分析方法和应用·····  | ( 111 ) |
| (一) 紫外吸收光谱·····   | ( 111 ) |
| (二) 红外吸收光谱·····   | ( 113 ) |
| (三) 核磁共振谱·····    | ( 115 ) |
| 1. 核磁共振氢谱·····    | ( 116 ) |
| 2. 核磁共振碳谱·····    | ( 117 ) |
| 3. 二维核磁共振谱·····   | ( 121 ) |
| (四) 质谱·····       | ( 123 ) |

## 第六章 天然药物化学成分的定量分析方法

|                      |         |
|----------------------|---------|
| 一、可见—紫外光谱法·····      | ( 126 ) |
| (一) 比色法和可见分光光度法····· | ( 126 ) |
| (二) 紫外分光光度法·····     | ( 127 ) |
| (三) 双波长测定法·····      | ( 131 ) |
| (四) 三波长测定法·····      | ( 137 ) |
| (五) 示差光谱法·····       | ( 141 ) |
| (六) 导数光谱法·····       | ( 142 ) |
| 二、薄层层析定量方法·····      | ( 146 ) |
| (一) 薄层洗脱定量·····      | ( 146 ) |
| (二) 薄层上直接定量·····     | ( 149 ) |
| 三、气相层析定量方法·····      | ( 158 ) |
| 四、高效液相层析定量方法·····    | ( 162 ) |

## 第七章 天然药物化学实验

|                                |         |
|--------------------------------|---------|
| 实验一 氧化铝的活性测定·····              | ( 165 ) |
| 实验二 粉防己生物碱的提制、鉴定和含量<br>测定····· | ( 168 ) |
| 实验三 三颗针生物碱的提制、鉴定和含量            |         |

|       |                                 |         |
|-------|---------------------------------|---------|
|       | 测定.....                         | ( 178 ) |
| 实 验 四 | 一叶萩生物碱的提制, 鉴定和含量测定.....         | ( 183 ) |
| 实 验 五 | 鹿蹄草酚甙的提取、分离和鉴定.....             | ( 188 ) |
| 实 验 六 | 虎杖中蒽醌类成分的提取、分离和鉴定.....          | ( 195 ) |
| 实 验 七 | 大黄中大黄酚和大黄素甲醚的提取、分离和鉴定.....      | ( 204 ) |
| 实 验 八 | 槐花米黄酮类化合物的提制和鉴定...              | ( 209 ) |
| 实 验 九 | 葛根中黄酮类的提制、鉴定和含量测定.....          | ( 217 ) |
| 实 验 十 | 补骨脂中呋喃香豆精的提制和鉴定...              | ( 221 ) |
| 实验十一  | 秦皮中七叶内酯的提取、分离和鉴定.....           | ( 224 ) |
| 实验十二  | 黄花夹竹桃中强心甙类成分的提取、分离、鉴定和含量测定..... | ( 228 ) |
| 实验十三  | 夹竹桃强心甙的提取、分离和鉴定.....            | ( 233 ) |
| 实验十四  | 穿心莲内酯成分的提制和鉴定.....              | ( 237 ) |
| 实验十五  | 薄荷中薄荷油的提取.....                  | ( 242 ) |
| 实验十六  | 甘草酸和甘草次酸的提取、分离和鉴定.....          | ( 246 ) |
| 实验十七  | 齐墩果酸的提取、分离和鉴定.....              | ( 249 ) |
| 实验十八  | 柴胡皂甙的提取、分离和鉴定.....              | ( 251 ) |
| 实验十九  | 薄层扫描法测定九分散中土的宁的含量.....          | ( 255 ) |
| 实验二十  | 天然药物化学成分的预试验.....               | ( 257 ) |

|     |                            |         |
|-----|----------------------------|---------|
| 附录一 | 常用有机溶剂及其纯化方法·····          | ( 270 ) |
| 附录二 | 常用干燥剂的性能·····              | ( 282 ) |
| 附录三 | 常用鉴定试剂的配制和应用·····          | ( 286 ) |
| 附录四 | 常用吸附剂的制备、标化和回收·····        | ( 308 ) |
| 附录五 | 离子交换树脂的处理和再生·····          | ( 316 ) |
| 附录六 | 国产层析滤纸的规格和性能·····          | ( 318 ) |
| 附录七 | 葡聚糖凝胶型号及性能·····            | ( 319 ) |
| 附录八 | 常用酸碱溶液的浓度和比重及配制<br>方法····· | ( 320 ) |
| 附录九 | 乙醇浓度稀释表·····               | ( 322 ) |

# 第一章 实验室规则和一般常识

## 一、实 验 规 则

1. 实验前认真预习，明确实验目的，了解实验的方法、步骤和基本原理。

2. 实验过程中要正确操作，仔细观察，认真记录和深入思考。

3. 严格遵守实验室各项制度，注意安全，爱护仪器，节约药品，保持实验室的整洁。

4. 遵从教师指导。实验完毕，应把实验桌整理干净。根据实验记录，认真处理数据，分析问题，写出实验报告按时呈交指导老师。并应呈交实验所得产品（标明产品名称、重量、实验组号及日期）。

## 二、实验室一般安全规则

1. 实验前应做好预习工作，熟悉每步具体操作中的安全注意事项。并须熟悉实验室及其周围的环境和水的开关、电闸及灭火器的位置。

2. 使用电器设备及各种分析仪器时，要弄清电路及操作规程，不要用湿的手、物接触电插销，谨防触电。实验后，应把连接电源的插销拔下。

3. 实验完毕后, 应检查水、电源、煤气是否关严。值日生和最后离开实验室的工作人员都应负责再检查一遍, 并把水和煤气的总开关关闭, 拉开电闸。

### 三、易燃、腐蚀性和有毒药品或溶剂的使用规则

1. 有机溶剂(如乙醚、乙醇、苯、丙酮等)易燃, 使用时要远离火源, 用后要盖紧瓶塞, 置于阴凉处。

加热、回流提取或回收溶剂时, 必须在水浴上进行, 切不可用直火加热。

2. 回收溶剂时, 应在加热前投入1-2粒沸石, 每添加一次溶剂, 应重新添加沸石。加热中途不得加入沸石, 严防溶液发生爆沸或因恒沸而发生爆炸。若为有毒易燃有机溶剂的回收(如苯、氯仿), 应将排气管导出室外或下水道。

3. 强酸、强碱(如硫酸、盐酸, 氢氧化钠等)具强腐蚀性, 勿洒在皮肤或衣物上, 以免造成化学灼伤。强酸烟雾刺激呼吸道, 使用时应倍加小心。

4. 绝不允许各种化学药品任意混合, 也切勿把任何试剂或溶剂倒回储瓶, 以免发生意外事故。

残渣废物丢入废物缸内, 用过的易燃有机溶剂不得倒入下水道, 否则有燃烧爆炸的危险。

### 四、实验室灭火常识

实验室一旦发生火灾, 首先要立即断绝火源(电源、煤气等), 并速将附近的可燃物移开, 防止火势扩展。应保持镇静,

不要慌乱，立即采取各种相应措施。

1. 锥形瓶内溶剂着火，只需用石棉网或湿布盖熄。溶剂泼倒后着火，可用石棉布、沙土、麻袋或灭火器扑灭。不可用水冲，以免因水流而扩大燃烧面。

2. 衣服着火，切勿奔跑，赶快脱下衣服或用厚的外衣、麻袋裹灭，或赶快卧倒在地上滚灭，或打开附近的自来水开关用水冲淋熄灭。

3. 火势较大时，应根据具体情况采用灭火器灭火，常用的有以下三种：

(1) 泡沫灭火器：使用时将筒颠倒（碳酸氢钠和硫酸铝溶液作用，产生氢氧化铝和大量的二氧化碳泡沫），喷射起火处，泡沫就把燃烧的物体包住与空气隔绝，而使火焰熄灭，此法不适用于电火花引起的火灾。

(2) 四氯化碳灭火器：使用时连续抽动唧筒，四氯化碳即会喷出。其遇热迅速气化，成为很重的气体包住燃烧物体，使之与空气隔绝，而将火焰熄灭，（此法最适合于扑灭电火花引起的火灾）。

(3) 二氧化碳灭火器：是实验室最常用的灭火器（其钢筒内装有压缩的液态二氧化碳），使用时打开开关即可灭火。

## 五、实验室一般伤害的救护

1. 割伤 在伤口上用双氧水消毒或涂抹红汞。

2. 烫伤或烧伤 在伤口上涂抹烫伤药，或涂抹甘油、硼酸凡士林。

3. 酸碱腐伤 先用水冲洗伤处。若为酸腐伤，再用 5% 的碳酸氢钠溶液或稀氨水洗；若为碱腐伤，再用 1% 醋酸溶液

洗，最后均用水冲洗。

若是酸或碱液溅入眼内，应立即用水冲洗。若为酸液，再用 1%碳酸氢钠溶液冲洗；若为碱液，再用 1%硼酸溶液冲洗，最后均应用水冲洗。

4. 毒物进入口内 将5-10ml稀硫酸铜溶液加入一杯温开水中，内服，或用手指伸入咽喉部促使呕吐。

5. 上述各种伤害伤势较重者经急救后，应速送医院检查和治疗。

## 第二章 实验室基本操作 及常用仪器装置

### 一、仪器的洗涤

实验室中常使用各种玻璃仪器，这些仪器是否干净，常影响到所提取、分离的化学成分的纯度和分离精制的步骤。所以应保证使用仪器干净。

洗涤玻璃仪器的方法很多，应根据污物的性质来选用（附着在仪器上的污物有可溶性物质，也有尘土和不溶性物质，还有油污和有机物质）。常用的洗涤方法有：

1. 用水刷洗 用毛刷就水刷洗，既可使可溶物溶去，也可使附着在仪器上的尘土和不溶物脱落下来。但往往不能去油污和有机物。

2. 用去污粉、合成洗涤剂洗 先把要洗的仪器用水湿润，用毛刷沾少许去污粉或洗涤剂，擦洗瓶内外，再用水冲洗干净。

3. 用洗涤液洗 对于顽固粘附在玻璃上的斑迹或残渣，可用洗涤液来洗。最常用的洗涤液是由等体积的浓硫酸和饱和的重铬酸钾溶液配制而成。对有机物和油污的去污能力特别强。使用时，于仪器内加入少量洗液，使仪器倾斜并慢慢转动，让仪器内壁完全为洗液湿润。少许后，把洗液倒回原瓶内。再用大量水冲洗仪器。如果用洗涤液将仪器浸泡一段时间，则效果